# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

09-278627

(43) Date of publication of application: 28.10.1997

(51)Int.Cl.

A61K 7/00 A61K 7/02

A61K 7/48

(21)Application number: 08-083718

(71)Applicant: KAO CORP

(22)Date of filing:

05.04.1996

(72)Inventor: SASAKI MITSUHIRO

TSUCHIYA RYUTA SHIMA HIROSHI

# (54) SOLID COSMETIC

# (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a solid cosmetic comprising a specific powdery component containing a porous power material and an oily component in a specific ratio, having a property not exhibiting flowability even at a high temperature, capable of being well extended on the skin and capable of masking poil foramen, fine skin wrinkles, etc.

SOLUTION: This solid cosmetic comprises (60-60wt.% of) a powdery component containing a porous powder material and containing (A) a fine powder material having a volume-average particle diameter of  $0.1-2\mu\text{m}$  and a refractive index of  $\leq 2$ , (B) a spherical powder material having a volume-average particle diameter of  $3-50\mu\text{m}$  and (C) a plate-like powder material having a volume-average particle diameter of  $20-50\mu\text{m}$  in a total amount of  $\leq 20\text{wt.\%}$  based on the whole composition and (40-70wt.% of) an oily component, and does not exhibit flowability, even when heated at  $100^{\circ}$  C for 5 min. The components A and are preferably compounded in an A:B weight ratio of 9.5:0.5 to 0.5:9.5. A part of the spherical powder material (B) may be a porous material. A part of the spherical powder material may be a colored spherical powder material. The powder component of the solid cosmetic is especially preferably subjected to a hydrophobic treatment or a water-repelling and oil repelling treatment. A fluorinated oil agent may be added to the oily component.

# **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

20.01.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3081529

[Date of registration]

23.06.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

## **CLAIMS**

# [Claim(s)]

[Claim 1] They are the fine particles containing the following component (A) and (B):(A) porosity fine particles. (a) volume mean particle diameter is 0.1 micrometers in the fine particles concerned. It exceeds and is 2 micrometers. It is the following. And the impalpable powder and (b) volume mean particle diameter whose refractive index is two or less are 3-50 micrometers. A spherical powder object and (c) volume mean particle diameter are 20-50 micrometers. 30-60 % of the weight of fine particles, the (B) oil content which contain a plate object 20% of the weight or more during [ all ] a presentation in total Solid cosmetics characterized by not being tinctured with a fluidity even if it contains 40-70 % of the weight and heats for 5 minutes at 100 degrees C.

[Claim 2] Solid cosmetics according to claim 1 whose combination weight ratio of (a) and (b) is 9.5:0.5 to 0.5:9.5 among components (A).

[Claim 3] Solid cosmetics according to claim 1 or 2 some of whose spherical powder objects of (b) are porosity fine particles among components (A).

[Claim 4] Solid cosmetics of claims 1-3 some of whose spherical powder objects of (b) are spherical powder objects with which a spherical zinc oxide or specific surface area made the particle zinc oxide which is 15-100m2/g adhere to a front face among components (A) given in any 1 term.

[Claim 5] Solid cosmetics of claims 1-4 some of whose spherical powder objects of (b) are coloring spherical powder objects among components (A) given in any 1 term.

[Claim 6] Solid cosmetics of claims 1-5 which the fine particles of a component (A) given in any 1 term. [ process / hydrophobing-/ or ] [ hydrofuge and ] [ oil-repellent ]

[Claim 7] Solid cosmetics of claim 1-6 which contains fluorine system oils in an oil content given in any 1 term.

[Claim 8] Solid cosmetics of claim 1-7 which contains the lipid between cells 0.1 to 90% of the weight in an oil content given in any 1 term.

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

#### **DETAILED DESCRIPTION**

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] There are not bulk and stickiness of the skin and it excels in admiration gently, and the mileage on the skin can be good, and can be [ a ripple etc. ] conspicuous and carry out pore, a ripple, etc., and this invention relates to the solid cosmetics which were moreover excellent in durability.

[0002]

[Description of the Prior Art] Generally, solid cosmetics are constituted considering fine particles and an oil content as a principal component, and are applied as many makeup cosmetics, such as foundation, eye shadow, and cheek red, etc. in the case of such conventional solid makeup cosmetics, fine particles absorb sebum — the skin — bulk \*\*\*\*\* stripes — it might be unacquainted and there was a problem.

[0003] On the other hand, admiration is gently given to the skin, and in order to obtain a smooth feeling of an activity, an increase and when it carries out, stickiness will produce the loadings of an oil content. For this reason, it was difficult to obtain the solid cosmetics of the feel which the loadings of an oil content will be restricted, and the loadings of a moisturizer etc. were similarly restricted, and was carried out gently.

[0004] moreover, that the mileage on the skin and adhesion are good requires solid cosmetics — having — further — silverfish — the fault of the skins, such as — buckwheat dregs, a wrinkling, and pore, is covered, the color of the skin is prepared, and the function of protecting the skin from desiccation etc. is also required. For this reason, giving good feels, such as goodness of a skid and lightness of mileage, is performed by blending various spherical powder objects with fine—particles cosmetics conventionally. However, although the spherical powder object used here is good in respect of a feel, it is inferior to obliterating power, and can be [ a ripple etc. ] conspicuous and carry out neither pore nor a ripple.

[0005] therefore — although the cosmetics which blended white pigments with the high refractive index of titanium oxide etc. so much are also known in order to hide the fault of the skin — these cosmetics — obliterating power — excelling — silverfish — although — buckwheat dregs etc. could be covered, the mileage on the skin was heavy, and the result became thick, irregularity, such as pore and a ripple, was conspicuous on the contrary, and there was a trouble that a natural result could not be obtained.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Therefore, there are not bulk and stickiness of the skin and it has the feel carried out gently, and feels, such as mileage on the skin, are good, are excellent in obliterating power, and moreover cover the irregularity of the skins, such as pore and a ripple, automatically, and the object of this invention is to offer the solid cosmetics in which still such an outstanding result carries out long duration continuation.

[0007]

[Means for Solving the Problem] A header and this invention were completed for the solid cosmetics which are not tinctured with a fluidity even if it contains an oil content with specific loadings and heats the specific fine particles containing porosity fine particles being good, and

being able to be [ a ripple etc. ] conspicuous and carry out pore, a ripple, etc. moreover, and the mileage on the skin being further excellent also in makeup \*\*\*\*, as a result of this invention persons' inquiring wholeheartedly in this actual condition.

[0008] Namely, this invention is the fine particles containing the following component (A) and (B): (A) porosity fine particles. (a) volume mean particle diameter is 0.1 micrometers in the fine particles concerned. It exceeds and is 2 micrometers. It is the following. And the impalpable powder and (b) volume mean particle diameter whose refractive index is two or less are 3-50 micrometers. A spherical powder object and (c) volume mean particle diameter are 20-50 micrometers. 30 - 60 % of the weight of fine particles, the (B) oil content which contain a plate object 20% of the weight or more during [ all ] a presentation in total 40 - 70 % of the weight is contained, and the solid cosmetics characterized by not being tinctured with a fluidity even if it heats for 5 minutes at 100 degrees C are offered.

[0009]

[Embodiment of the Invention] For the fine particles of the component (A) used by this invention, (a) volume mean particle diameter is 0.1 micrometers. It exceeds and is 2 micrometers. The impalpable powder and (b) volume mean particle diameter whose refractive index it is the following and is two or less are 3-50 micrometers. A spherical powder object and (c) volume mean particle diameter are 20-50 micrometers. A plate object is contained. In addition, in this invention, volume mean particle diameter shows the average of the path of the volume equivalent sphere of a measurement particle, and, specifically, it is the particle size of 1 micrometer. About the above fine particles, they are a laser diffraction method and 1 micrometer. About the following fine particles, by the laser scattering-about method, particle size distribution are searched for by making ethanol into a dispersion medium, and it asks for mean particle diameter as a volume cumulative-distribution average.

[0010] the impalpable powder of (a) among components (A) — volume mean particle diameter — 0.1 micrometers exceeding — 2 micrometers it is the following — required — desirable — 0.15—1.5 micrometers especially — desirable — 0.3–1.2 micrometers it is . 0.1 micrometers Below, a feeling of an activity is bad, and the effectiveness been [ effectiveness / it ] conspicuous and carried out reduces irregularity, such as pore and a ripple, and it is 2 micrometers. If it exceeds, since the effectiveness to which it is not conspicuous and irregularity of pore or a ripple is carried out too will decrease, it is not desirable. Moreover, impalpable powder (a) also needs to be two or less refractive index, and is 1.4–1.8 preferably. In that by which a refractive index exceeds 2, it obscures, when it applies to the skin, and effectiveness is not acquired, and the effectiveness which is not conspicuous and carries out irregularity of pore or a ripple is not acquired.

[0011] As impalpable powder (a), especially as long as it has such volume mean particle diameter and a refractive index, it may not be restricted, but any of non-subtlety powder and organic impalpable powder are sufficient, and any, such as a globular shape, plate-like, a grain, a needle, a cylinder, and amorphism, sufficient also as the configuration. concrete — for example, a silica, an alumina, a barium sulfate, an aluminum hydroxide, a calcium carbonate, a magnesium silicate, a calcium carbonate, an aluminum silicate, etc. ——less —— organic impalpable powder, such as subtlety powder; polyamide resin, polyethylene resin, polypropylene resin, polymethyl—methacrylate resin, cellulose type resin, polystyrene resin, styrene, and a copolymer of an acrylic acid, silicone resin, etc. is mentioned. As non-subtlety powder, since the result with the more natural thing of low refractive indexes, such as polymethyl—methacrylate resin and silicone resin, is obtained as alumina, silica, and barium—sulfate; organic impalpable powder, it is [ among these ] desirable. Moreover, what covered a color pigment, coloring matter, the color, the metal ion, etc. with the usual approach, carried out connotation processing by it, and colored such impalpable powder can also be used.

[0012] as impalpable powder (a) — especially — volume mean particle diameter — 0.11-2 micrometers it is — particle size of 0.05 micrometers. The following particles and 5 micrometers. It is desirable that the particles which exceed are the particle size distribution below 10 volume %, respectively.

[0013] the spherical powder object of (b) among components (A) -- volume mean particle

diameter -- 3-50 micrometers it is -- things -- required -- desirable -- 5-20 micrometers especially -- desirable -- 5-10 micrometers it is . 3 micrometers The mileage on the skin of cosmetics worsens in the following, and it is 50 micrometers. Since the adhesion to the skin will worsen if it exceeds, it is not desirable.

[0014] As a spherical powder object (b), volume mean particle diameter is 3-50 micrometers. Especially as long as it is a thing, it may not be restricted, but any of non-subtlety powder and organic impalpable powder are sufficient, and a color pigment, coloring matter, a color, a metal ion, etc. may be covered with the usual approach, connotation processing may be carried out by it, and these spherical powder objects may be colored. concrete -- for example, organic spherical powder object [, such as inorganic spherical powder object; spherical polyamide resin /, such as a spherical silica, a spherical alumina and spherical CHIANIA, /, spherical polymethylmethacrylate resin, spherical silicone resin spherical polyethylene resin and spherical cellulose type resin and spherical nylon ]; -- that which corned spherically extenders, color pigments, etc., such as titanium oxide, yellow oxide of iron, red ocher, and black oxide of iron, by the usual approach further is mentioned. Spherical silica, spherical alumina, spherical nylon, spherical polyamide resin, and spherical polymethyl-methacrylate resin and spherical silicone resin are [ among these ] especially desirable from points, such as a feeling of an activity. [0015] Moreover, as for some spherical powder objects (b), it is desirable that it is the spherical powder object which made the spherical zinc oxide or the particle zinc oxide adhere to a front face. That which corned spherically among these as a spherical powder object to which the spherical zinc oxide was made to adhere by the usual approaches, such as carrying out spray drying of the zinc-oxide slurry, (approach given in JP,61-17413,A etc.); the thing which made the zinc oxide adhere to the front face of a spherical powder object like spherical nylon can be used by the usual coating actuation of the mechanochemical method, wet coating, etc. [0016] Moreover, for the spherical powder object which made the particle zinc oxide adhere to a front face, volume mean particle diameter is 3-50 micrometers by the mechanochemical method about a commercial particle zinc oxide, JP,1−175921,A, or a particle zinc oxide given in JP,1− 230431,A. The thing made to adhere to a spherical powder body surface is mentioned. As a particle zinc oxide used here, mean particle diameter is 0.01-0.04 micrometers. That whose specific surface area is 15-100m2/g is desirable. The thing of the specific surface area of this range has enough sebum absorption of a zinc oxide, it does not become chalky, but is good, and desirable while being hard to produce messy makeup. [ of a feeling of an activity ] Moreover, what carried out surface treatment by processing agents, such as silicone and metallic soap, can also be used for these particle zinc oxides. Furthermore, as a commercial particle zinc oxide, FINEX25, FINEX50, FINEX75 (the Sakai chemistry company make), etc. are mentioned, for

example. [0017] The effectiveness of makeup \*\*\*\* is fully acquired and, as for the spherical powder object which made these spherical zinc oxides or a particle zinc oxide adhere to a front face, it is desirable to make it blend 2% of the weight during [ all ] a presentation. [0018] the plate object of (c) among components (A) -- volume mean particle diameter -- 20-50 micrometers it is -- things -- required -- desirable -- 25-40 micrometers especially -desirable -- 30-40 micrometers it is . 20 micrometers In the following, a feeling of adhesion to the skin top of cosmetics is not sensed, but it is 50 micrometers. Since the adhesion to the skin will be upwards inferior and a rough deposit will be sensed if it exceeds, it is not desirable. [0019] As a plate object (c), volume mean particle diameter is 20-50 micrometers. Especially as long as it is a thing, it may not be restricted, but any of non-subtlety powder and organic impalpable powder are sufficient, and a color pigment, coloring matter, a color, a metal ion, etc. may be covered with the usual approach, connotation processing may be carried out by it, and these plate objects may be colored. Specifically, organic fine particles, such as inorganic fineparticles; tabular polyamide resin [, such as extender; boron nitride ], such as talc, a mica, and a sericite, are mentioned. among these -- especially -- \*\* -- it is desirable. [0020] Such impalpable powder (a), a spherical powder object (b), and a plate object (c) can be used combining one sort or two sorts or more, respectively. Pulverized coal (a), a spherical powder object (b), and a plate object (c) are blended during [ all ] a presentation in total more

than 20 % of the weight (% only shows hereafter), and are 40 – 60% especially preferably 30 to 60% preferably. At less than 20%, a feeling of stickiness is upwards and the effectiveness which is not conspicuous and carries out irregularity, such as the mileage and pore on the skin, and a ripple, is not fully acquired.

[0021] Moreover, as for especially impalpable powder (a), it is desirable to blend 10 to 15% 5 to 20% during [ all ] a presentation, as for especially a spherical powder object (b), it is desirable to blend 10 to 15% 5 to 30% during [ all ] a presentation, and, as for especially a plate object (c), it is desirable to blend 5 to 15% 3 to 20% during [ all ] a presentation. Furthermore, the combination weight ratio of pulverized coal (a) and a spherical powder object (b) is desirable from the point of the effectiveness that 9.5:0.5 to 0.5:9.5 and that it is especially 8:2-2:8 are not [irregularity] conspicuous and carry out irregularity, such as a feeling of an activity and pore, and a ripple. [0022] The components (A) of this invention are the fine particles containing porosity fine particles, and contain said fine particles (a), (b), and (c) in the fine particles concerned. These fine particles (a), (b), and (c) may be classified according to volume mean particle diameter and an appearance, and these parts or all may be porosity fine particles. As porosity fine particles used in addition to fine particles (a), (b), and (c) For example, a calcium silicate, a magnesium silicate, silicic-acid strontium, Silicic-acid metal salts, such as an aluminum silicate, silicic-acid barium, and magnesium aluminometasilicate; A calcium carbonate, carbonic acid metal salt [, such as cobalt carbonate, ]; -- tungstic-acid metal salt [, such as tungstic-acid calcium, ]; -cobalt oxide -- metallic-oxides [, such as alpha-iron oxide, ]; -- metal hydroxides [, such as a hydration iron oxide, ]; -- organic fine-particles [, such as nylon powder, cellulose powder, corn starch, and polystyrene beads, ]; -- in addition to this, a silica, silica gel, hydroxyapatite, etc. are mentioned.

[0023] As for porosity fine particles other than fine particles (a), (b), and (c), it is desirable that specific surface area is more than 300m2/g, and since stickiness of an oil is no longer especially sensed to be 300-1000m2/g, and further 700 - 800m2/g, they are desirable. In addition, in this invention, specific surface area is the value which measured with the BET adsorption method and was calculated. moreover, the mean particle diameter of porosity fine particles — 3-30 micrometers it is — a thing — desirable — especially — 5-20 micrometers Further 10-20 micrometers it is — \*\* — since it excels also in a feeling of an activity, it is desirable. As porosity fine particles, since it excels in the smoothness to the skin, and adhesion, spherical porosity fine particles are desirable and especially a silica is desirable.

[0024] As for especially porosity fine particles, it is desirable to blend further 15 to 25% 10 to 30% 5 to 50% during [ all ] a presentation also including the porosity fine particles of fine particles (a), (b), and (c). While there is no stickiness that it is this within the limits, it does not become chalky, but it is good, and a result excels also in a feeling of adhesion and is desirable. [0025] moreover, as fine particles of others in a component (A) The fine particles used for the usual cosmetics, for example, a silicic acid, a silicic acid anhydride, a magnesium silicate, Talc, a sericite, a mica, a kaolin, red ocher, a clay bentonite, A titanium coat mica, bismuth oxychloride, a zirconium dioxide, a magnesium oxide, A zinc oxide, an aluminum oxide, a calcium sulfate, a barium sulfate, magnesium sulfate, A calcium carbonate, a magnesium carbonate, an iron oxide, ultramarine blue, chrome oxide, chromium hydroxide, Calamine, carbon black, and inorganic fine particles of these complex; A polyamide, Polyester, polypropylene, polystyrene, polyurethane, vinyl resin, A urea-resin, phenol resin, a fluororesin, silicone resin, acrylic resin, Melamine resin, an epoxy resin, polycarbonate resin, a divinylbenzene styrene copolymer, silk powder and a cellulose -- organic fine-particles [, such as complex of these, ]; -- further -- these -- a surfactant -- What covered with what carried out surface treatment with silicone, metallic soap, lecithin, amino acid, the collagen, the keratin, the polymer, the fluorine compound, etc., a color pigment, coloring matter, a color, a metal ion, etc., and carried out connotation processing; organic coloring agents, such as organic tar system coloring matter and a lake, are mentioned. These fine particles can be used combining one sort or two sorts or more.

[0026] In addition, in this invention, each fine particles of a component (A) can use things which, such as siliconization, fluorine compound processing, lecithin processing, amino acid processing, polyethylene processing, and metal soap processing, by the usual approach. [processed /

hydrophobing-/ or ] [ hydrofuge and ] [ oil-repellent ]

[0027] Here, it says that siliconization processes the front face of mother fine particles with silicon oil, and silicone oil [ which will not be restricted especially if used for the usual cosmetics etc., for example, contains Si-H radicals such as methil hydrogen polysiloxane], silicone oil [ containing Si-OH radical ], annular dimethylpolysiloxane, and dimethyl silicone etc. is mentioned as silicon oil used. Specifically Dimethylpolysiloxane, annular dimethylpolysiloxane, A methylphenyl polysiloxane, methil hydrogen polysiloxane, An annular methil-hydrogenpolysiloxane and dimethylsiloxane methyl (polyoxyethylene) siloxane copolymer, A dimethylsiloxane methyl (polyoxypropylene) siloxane copolymer, Milli still silicone, a dimethylsiloxane methyl steer ROKISHI siloxane copolymer, A dimethylsiloxane methyl cetyl oxysiloxane copolymer, a methyopolysiloxane emulsion, Silicone resin, silicone grease, polyether denaturation silicone, Methyl styryl denaturation silicone, alkyl denaturation silicone, higherfatty-acid ester denaturation silicone, high-class alkoxy denaturation silicone, phenol denaturation silicone, higher-fatty-acid denaturation silicone, etc. are mentioned. [0028] What dissolved one sort of said silicon oil or two sorts or more in solvents, such as a hexane of optimum dose, for example is made to distribute mother fine particles as an approach of processing mother fine particles with these silicon oil, and the approach of processing for 2 to 10 hours and drying after that at 100-200 degrees C, is mentioned after solvent distilling off. [0029] Moreover, fluorine compound processing is the following general formula (1), for example as a fluorine compound which says processing the front face of mother fine particles with the fluorine compound which has a perfluoroalkyl radical, and is used. [0030]

[Formula 1]  $[C_xF_{2x+1}C_yH_{2y}O]_zPO(OH)_{3-2}$  (1)

[0031] (-- among a formula, in x, the integer of 4-14 and y show the integer of 1-12, and z shows the integer of 1-3.) -- the poly fluoro alkyl phosphoric acid (refer to U.S. Pat. No. 3632744) expressed -- Fluoro ARUKIRUJI (oxy-ethyl) amine phosphoric ester (refer to JP,55-167209,A), Tetrafluoroethylene resin, perfluoro alcohol, a perfluoro epoxy compound, Sulfo amide mold fluorophosphoric acid, a perfluoroalkyl sulfate, perfluoroalkyl carboxylate, a perfluoroalkyl silane (refer to JP,2-218603,A), a perfluoroalkyl ethyl phosphoric acid, etc. are mentioned. [0032] As an approach of processing mother fine particles with these fluorine compounds, one sort of said fluorine compound or two sorts or more are dissolved in solvents, such as isopropyl ether, and after making what was heated distribute mother fine particles and mixing at 60 degrees C for 4 hours, the approach of carrying out reduced pressure distilling off of the solvent, and drying is mentioned, for example. In this case, processing may be performed under heating and reaction assistants, such as an acid, alkali, and a catalyst, can also be added if needed. Moreover, an volatile solvent can be made to be able to dissolve or distribute a fluorine compound, impalpable powder can also be sprayed and coated using a flow coater etc., in the case of an volatile fluorine compound like chlorofluocarbon, the steam of a fluorine compound can be directly contacted to impalpable powder, and it can also coat it with it. Moreover, the impalpable powder processed can be mixed with a fluorine compound with a ball mill etc., and it can also process by dry type.

[0033] Moreover, in order to heighten a treatment effect, after performing such processing, in the range which does not spoil the effectiveness of this invention, it can be burned and after treatment, such as processing, heat-treatment, and aging processing, may be performed. Moreover, baking processing, heat-treatment, hydrothermal processing, reduced pressure processing, plasma treatment, etc. may be performed to impalpable powder if needed as pretreatment.

[0034] The fine particles of a component (A) are blended 30 to 60% during [ all ] a presentation, and are blended especially 45 to 55% preferably 40 to 60%. At less than 30%, it is sticky and there is admiration, and if it exceeds 60%, powderiness will be sensed.

[0035] As an oil content of the component (B) used by this invention, especially if used for the usual cosmetics, it will not be restricted. For example, a liquid paraffin, squalane, castor oil, olive

oil, jojoba oil, A macadamia-nuts oil, a mink oil, a turtle oil, an almond oil, safflower oil, An avocado oil, stearin acid, oleic acid, a lauric acid, a myristic acid, Glyceryl diisostearate, glyceryl TORIISO stearate, Trimethylol propane-2-ethyl isostearate, glyceryl-tri-2-ethylhexanoate, The isopropyl myristate, cetyl-2-ethylhexanoate, 2-heptyl undecyl palmitate, Methyopolysiloxane, a methylphenyl polysiloxane, polybutene, Diisostearyl maleate, lanolin, cetanol, stearyl alcohol, Oleyl alcohol, lauryl alcohol, solid paraffin wax, A ceresin wax, a micro crystallin wax, Japan wax, yellow bees wax, A candelilla wax, carnauba wax, polyethylene wax, Alkyl denaturation silicone wax, volatile chain-like silicon oil, volatile annular silicon oil, Fluorine system oils, such as an volatile hydrocarbon oil, a perfluoro polyether, and fluorine denaturation silicone, etc. are mentioned. Furthermore, a glycerol, propylene glycol, a polyethylene glycol, Polyhydric alcohol, such as dipropylene glycol, sorbitol, 1, and 3-butylene glycol, Phospholipid, such as an oil solubility plant extract, yolk lecithin, and a soybean lecithin, sphingolipid, Ceramide, the quality of the ceramide resemblance structure (JP,62-228048,A etc.), Moisturizers, such as the other synthetic macromolecules of lipids between cells, such as cholesterol, cholesteryl ester, and cholesteryl isostearate, fermentation metabolite, a living body extract, a steroid compound, protein, a collagen, and a chitin, are mentioned.

[0036] As a perfluoro polyether which is fluorine system oils among these oil contents, commercial items, such as John Boleyn HC-04, John Boleyn HC-25, John Boleyn HC-R (above, MONTE froth company make), Demnum S-20, Demnum S-65, and Demnum S-200 (above, Daikin Industries, LTD. make), can be used, for example. General formula [ the fluorine denaturation silicone derivative of a publication, and / following ] (2) Moreover, attain to JP,5-247214,A, JP,6-184312,A, and JP,6-234858,A as fluorine denaturation silicone, for example (3).

[Formula 2]
$$\begin{array}{c|c}
R^1 \\
Si0 \\
CF_3 \\
CH_2)_{m+2} - C - C_3F_7 \\
CF_9
\end{array}$$
(2)

$$\begin{array}{c|c}
 & \mathbb{R}^2 \\
 & \mathbb{S}i0 \\
 & \mathbb{R}^3
\end{array}$$
(3)

[0038] The fluorine denaturation silicone derivative which has two polysiloxane units expressed with (may differ among the formula even if R1, R2, and R3 are the same, alicyclic or the aromatic hydrocarbon radical of the aliphatic hydrocarbon radical of the straight chain of carbon numbers 1–20 or branched chain or carbon numbers 5–10 is shown, in m p shows the integer of 1–200 and q shows the integer of 0–200 for the integer of 0–10) is mentioned.

[0039] These oil contents can be used combining one sort or two sorts or more, and are especially blended 45 to 55% preferably 40 to 60% 40 to 70% during [ all ] a presentation. At less than 40%, it is inferior to a feeling of adhesion to the skin chalky, when it exceeds 70%, it is sticky, and admiration is sensed.

[0040] In addition, especially when using the lipid between cells as an oil content, it is desirable to blend in 0.5 - 50% of range 0.1 to 90% into an oil content.

[0041] Moreover, an ultraviolet ray absorbent can be further blended with the solid cosmetics of this invention. As this ultraviolet ray absorbent, for example P-aminobenzoic-acid ethyl, PARAJI methylamino benzoic-acid octyl (for example, Escarol 507 (made in Van Dick)), cinoxate and PARAMETOKISHI cinnamic acid octyl (for example, Escarol 557 (made in Van Dick) --) Parsol MCX (JiBOTAN rule company make), 2-(2-hydroxy-5-methylphenyl) benzotriazol, oxybenzone (for example, Escarol 567 (made in Van Dick) --) Spectra SORUBU UV 9 (American cyanamide

company make), urocanic acid, Urocanic acid ethyl, a benzophenone, a tetra-hydroxy benzophenone (for example, Uvinul D50 (BASF A.G. make)), A general formula given in 4-t-butyl-4'-methoxy benzoyl methane (Parsol 1789 (JIBOTAN rule company make)), JP,2-212579,A, and JP,3-188041,A (4)

[0042]

[Formula 3] 
$$0 \quad 0 \quad 0$$
  $\mathbb{R}$ 

[0043] (Among a formula, R may show hydroxyl, the alkoxyl group of carbon numbers 1-8, an alkenyloxy radical, or (polyoxyalkylene) an oxy-radical, and two R may form alpha-methylene dioxy radical.) a — the integer of 1-3 — being shown — the benzoyl pinacolone derivative expressed is mentioned.

[0044] Especially when blending these ultraviolet ray absorbents, it is desirable to blend 0.1 to 10% 0.01 to 20% during [ all ] a presentation.

[0045] Whitening agents, such as antiseptics; arbutin, such as the component used for the solid cosmetics of this invention at the usual cosmetics besides said component, for example, a urea, methylparaben, ethylparaben, propylparaben, butylparaben, and a sodium benzoate, kojic acid, an ascorbic acid, and its derivative; in addition to this, drug effect components, such as a circulation accelerator, an antiperspirant, a germicide, and a skin activator, perfume, etc. can be suitably blended in the range which does not spoil the effectiveness of this invention.

[0046] The solid cosmetics of this invention are manufactured by the kneader whom the Hobart mixer which carries out planetary motion, a planetary mixer, and biaxial [ wave-like ] rotate, while having attached the scraping wing in the Henschel mixer and medial axis which attached two or more wings in the revolving shaft and the retro mixer and medial axis which attached DISUPA in the side rotate, and press molding can be carried out and they can be made into various solid cosmetics.

[0047] And even if it heats the solid cosmetics of obtained this invention for 5 minutes at 100 degrees C, they are not tinctured with a fluidity. If not tinctured with a fluidity, here The thickness of 0.7mm, a depth of 5mm, the pan with a diameter of 5.3mm in metal, Or after heating the solid cosmetics which carried out press molding for 5 minutes at 100 degrees C to the inside pan made of a plastic of the ship's bottom the thickness of 1mm, a depth of 8mm, and whose vertical x width are 5.3mmx4.5mm, even if it leans to it for 1 minute at the include angle of 60 degrees, cosmetics flow and it does not fall to it, but it says not breaking down a press molding condition.

[0048]

[Effect of the Invention] It is good, and the feel carried out gently is acquired, and the mileage on the skin can be excellent in the effectiveness which prevents desiccation of the skin, can make the freshness of the skin able to maintain, and can be [ irregularity ] conspicuous and carry out [ there are not bulk and stickiness of the skin, ] irregularity, such as pore and a ripple, by natural result, and the solid cosmetics of this invention are especially suitable as makeup cosmetics, such as foundation, eye shadow, an eyeliner, and cheek red, etc.

[0049] [Example] Next, although an example is given and this invention is explained further, this invention is not limited to these examples. In addition, all the volume mean particle diameter shown in the example makes ethanol a dispersion medium, Seishin Enterprise SK laser micron sizer is used for it, and particle size is 1 micrometer. About the above fine particles, they are a laser diffraction method and 1 micrometer. About the following fine particles, it asked from the particle size distribution searched for by the laser scattering—about method.

[0050] 2g (KF-9901, the Shin-etsu chemistry company make) of methyl hydrogen siloxane

dimethylsiloxane copolymers was mixed with the ball mill to 98g (FINEX25, the Sakai chemistry company make) of particle zinc oxides of example of manufacture 1 specific-surface-area of 25m 2/g. Next, using the air blasting dryer, it heat-treated at 70 degrees C for 2 hours, and the silicone coat particle zinc oxide was obtained. Furthermore, spherical nylon powder (SP500, Toray Industries, Inc. make; 5 micrometers of mean diameters) 60g and 40g of steamy silicone coat particle zinc oxides were compound-ized using the hybridization system (the Nara machine company make), and spherical nylon (volume mean diameter; 5 micrometers) 90g which covered the silicone coat particle zinc oxide was obtained.

[0051] 4g [ of methyl hydrogen siloxane dimethylsiloxane copolymers ] (KF-9901, Shin-etsu chemistry company make) and dichloromethane 200g was mixed with the ball mill to 96g (FINEX50, the Sakai chemistry company make) of particle zinc oxides of example of manufacture 2 specific-surface-area of 50m 2/g. Next, after carrying out the heating reflux of this mixture at 50 degrees C for 3 hours, heating stirring was carried out at 100 degrees C for 2 hours, dichloromethane was distilled off, and the silicone coat particle zinc oxide was obtained. Furthermore, spherical nylon powder (SP500, Toray Industries, Inc. make; 5 micrometers of mean diameters) 60g and the 40g of the above-mentioned silicone coat particle zinc oxides were compound-ized using the hybridization system (the Nara machine company make), and spherical nylon (volume mean diameter; 5 micrometers) 90g which covered the silicone coat particle zinc oxide was obtained.

[0052] 6g (KF-9901, the Shin-etsu chemistry company make) of methyl hydrogen siloxane dimethylsiloxane copolymers was mixed using the Ayr blender (Ayr temperature of 50 degrees C) to 94g (FINEX75, the Sakai chemistry company make) of particle zinc oxides of example of manufacture 3 specific-surface-area of 75m 2/g. Next, after carrying out primary heat-treatment at 80 degrees C for 1 hour and carrying out temperature up of this mixture to 105 degrees C succeedingly, heat-treatment was carried out for further 1 hour, and the silicone coat particle zinc oxide was obtained. Furthermore, spherical nylon powder (SP500, Toray Industries, Inc. make; 5 micrometers of mean diameters) 60g and the 40g of the above-mentioned silicone coat particle zinc oxides were compound-ized using the hybridization system (the Nara machine company make), and spherical nylon (volume mean diameter; 5 micrometers) 90g which covered the silicone coat particle zinc oxide was obtained.

[0053] Example of manufacture 4 spherical nylon powder (SP500, Toray Industries, Inc. make; mean particle diameter of 5 micrometers) 60g and 40g (FINEX50, the Sakai chemistry company make) of specific-surface-area of 50m 2/g particle zinc oxides were compound-ized using the hybridization system (the Nara machine company make), and spherical nylon (volume mean particle diameter; 5 micrometers) 90g which covered the particle zinc oxide was obtained. [0054] Example of manufacture 5 spherical nylon powder (SP500, Toray Industries, Inc. make; 5 micrometers of mean diameters) 60g and 40g (0.5 micrometers) of titanium oxide were compound-ized using the hybridization system (the Nara machine company make), and titanium oxide coat spherical nylon (volume mean diameter; 5.3 micrometers) 90g was obtained. Moreover, similarly, it replaced with titanium oxide and yellow-oxide-of-iron coat spherical nylon, red ocher coat spherical nylon, and black-oxide-of-iron coat spherical nylon were obtained using yellow oxide of iron, red ocher, and black oxide of iron, respectively.

[0055] The cake makeup of the presentation shown in one to examples 1–6 and example of comparison 3 table 1 – a table 3 was manufactured, and a fluidity, a feeling of an activity, a result, and makeup \*\*\*\* were evaluated. A result is shown in a table 4 and a table 5. [0056] (Process) Component (1) – (23) was mixed with the Henschel mixer. What carried out heating dissolution mixing of component (24) – (28) was added to this, after mixing, it ground, and this was cast to the pan in metal (0.7mm in thickness, a depth of 5mm, diameter of 5.3mm), and cake makeup was obtained. In addition, the molding approach is as having been shown in a table 4 and a table 5.

[0057] (The assessment approach)

(1) Shape retaining property (fluidity): after heating cake makeup for 5 minutes at 100 degrees C, it leaned for 1 minute at the include angle of 60 degrees. At this time, that in which the press molding condition of foundation does not collapse was made into "O", and the collapsed thing

was made into "x."

[0058] (2) Result; the visual assessment by ten special panelists estimated the result when applying foundation to a face on the following criteria.

O: irregularity, such as pore and a ripple, is hardly conspicuous.

O: irregularity, such as pore and a ripple, is a little conspicuous.

\*\*: Irregularity, such as pore and a ripple, is conspicuous.

x: Irregularity, such as pore and a ripple, is dramatically conspicuous.

[0059] (3) Sponge was used for a makeup \*\*\*\* panelist's face, foundation was applied, and ten special panelists evaluated by the following criteria about messy makeup 4 hours after.

O: makeup has hardly come off.

O: makeup has come off slightly.

\*\*: Makeup has come off.

x: Messy makeup is intense.

[0060] (4) feeling of activity: — the mileage when using each cake makeup by ten special panelists — it attached and was sticky, and gently, five steps of organic—functions assessment of 1–5 points was performed, it asked for the average mark, and the following criteria estimated admiration and synthesis.

O: the average mark is 4.5-5.0.

O: the average mark is 3.5-4.4.

\*\*: The average mark is 2.5-3.4.

x: The average mark is 1.5-2.4.

xx: The average mark is 1.0-1.4.

[0061]

[A table 1]

成 分(%)	実	施	<b>F</b> ij
J, (70)	1	2	3
(1) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径;40μm)*1 (2) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径;5μm)*1	11.0	8.0	6.0
(3) フッ素処理マイカ(体積平均粒径;40μm) (4) 多孔性シリカ!	13. 0	1	İ
(体積平均粒径;12μm 、比表面積;900m <sup>2</sup> /g) (5) 多孔性シリカ[]	13.0	14.0	
(体積平均粒径;10μm、比表面積;700m <sup>2</sup> /g) (6) 多孔性シリカ[I]		14.0	۱
(体積平均拉径;10μm、比表面積;330m <sup>2</sup> /g) (7)ナイロンパウダー			15.0
(体積平均粒径; 7 μm 、比表面積; 150m <sup>2</sup> /g)			
(8) 微粒子酸化亜鉛被覆球状ナイロン (製造例 1:体積 平均粒径;5μm)	4.0	2.5	
(9)球状酸化亜鉛(特開昭61-174103号公報記載の方法で 得られたもの:体積平均粒径;5μm)			2.0
(10)シリコーン処理酸化チダン*1 (11)シリコーン処理赤色酸化鉄*1	11.0 2.0	11.0 2.0	11.0 2.0
(12)シリコーン処理黄色酸化鉄 <sup>‡1</sup>   (13)シリコーン処理黒色酸化鉄 <sup>‡1</sup>	2.0 0.2	2. 0 0. 2	2. 0 0. 2
(14)フッ素処理酸化チタン <sup>‡2</sup> (15)フッ素処理赤色酸化鉄 <sup>‡2</sup>	""	<b>v.</b> 5	<b>V</b> , 2
(16)フッ素処理黄色酸化鉄 *2 (17)フッ素処理黒色酸化鉄 *2			
(18)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径; 0.4 μm、屈折率1,49)	7.0		
(19)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径; 0.8μm、屈折率1.49)		10.5	
(20)球状シリコーン樹脂(体積平均粒径;0.5μm、屈折			8.0
率;1.45) (21)球状シリカ樹脂(体積平均粒径;0.5μm 、屈折率;			
1.45) (22)アルミナ(体積平均粒径;0.5μm 、屈折率;1.74)			
(23)硫酸バリウム(体積平均粒径;0.5μm 、屈折率; 1.63)			
(24)ジメチルポリシロキサン (KF-96A, 6cs, 信越化学工業 社製)	46. 5	46. 5	47.5
(25)パーフルオロポリエーテル (フォンブリンHC/R, モン テフロスト社製)			
(26)パラメトキシ桂皮酸オクチル (パーソールMCX, ジボタン・ルール社製)	2.5	2. 5	3.5
(27)コレステリルイソステアレート (花王社製) (28)酸化防止剤	0.8	0.8	2.8
760/欧江州	適量	適量	適量

[0062] \*1: What was covered with methil-hydrogen-polysiloxane (KF-99) Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. make 5%.

\*2: What was covered with the heptadeca fluoro DESHIRURIN acid (C6F13CH2O) (OH) PO 2 3%. [0063]

[A table 2]

成 分(%)	実	施	例
14. 7) (7a)	4	5	6
(1) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径;40μm)*1 (2) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径;5μm)*1 (3) フッ素処理マイカ (体積平均粒径;40μm) (4) 多孔性シリカ! (体積平均粒径;12μm、比表面積:900m²/g) (5) 多孔性シリカ!!	10. 0 12. 5	9.0	10:0
(体権平均粒径:10 μm 、比表面積:700m <sup>2</sup> /g) (6) 多孔性シリカIII (体積平均粒径:10 μm 、比表面積:330m <sup>2</sup> /g) (7) ナイコンパウダー			14.0
(体積平均粒径;7μm 、比表面積;150m <sup>2</sup> /g) (8) 酸粒子酸化亜鉛被覆球状ナイロン(製造例 1:体積 平均粒径;5μm) (9) 球状酸化亜鉛(特開昭61-174103号公報記載の方法で	10.0	10.5	9.0
得られたもの:体積平均粒径;5 μm) (10)シリコーン処理酸化チタン*1 (11)シリコーン処理赤色酸化鉄*1 (12)シリコーン処理黄色酸化鉄*1 (13)シリコーン処理黒色酸化鉄*1			
(14)フッ素処理酸化チタン*2 (15)フッ素処理赤色酸化鉄*2 (16)フッ素処理黄色酸化鉄*2 (17)フッ素処理黒色酸化鉄*2 (18)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径:	10. 0 1. 5 1. 5 0. 2	10.0 1.5 1.5 0.2	10. 0 1. 5 1. 5 0. 2
0.4 μm、屈折率1.49) (19)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径; 0.8 μm、屈折率1.49) (20)球状シリコーン樹脂(体積平均粒径;0.5 μm、屈折 率;1.45)			
(21)球状シリカ樹脂(体積平均粒径:0.5μm、屈折率: 1.45) (22)アルミナ(体積平均粒径;0.5μm、屈折率;1.74) (23)硫酸バリウム(体積平均粒径;0.5μm、屈折率; 1.63)	10.0	12.0	9. 3
(24)ジメチルポリシロキサン (KF-96A. 6cs. 信越化学工業 社製) (25)パーフルオロポリエーテル (フォンブリンBC/R. モン	40.0	40.0	42.0
テフロスト社製) (26)パラメトキシ桂皮酸オクチル (パーソールMCX, ジボタン・ルール社製)	4.0	1.8	2.0
(27)コレステリルイソステアレート (花王社製) (28)酸化防止剤	0.3 適量	0.5 適量	0.5 適量

[0064] \*1: What was covered with methil-hydrogen-polysiloxane (KF-99) Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. make 5%.

\*2: What was covered with the heptadeca fluoro DESHIRURIN acid (C6F13CH2O) (OH) PO 2 3%. [0065]

[A table 3]

)

成 分(%)	出	比較	
成 · 牙(%)	1	2	3
(1) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径; 40 μm) *1 (2) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径; 5 μm) *1 (3) フッ素処理マイカ (体積平均粒径; 40 μm) (4) 多孔性シリカ1	11.0	11.0	25. 0
(体積平均粒径;12μm 、比表面積;900m²/g) (5) 多孔性シリカロ			
(体積平均粒径;10μm 、比表面積;700m <sup>2</sup> /g) (6) 多孔性シリカ111	İ		
(体積平均粒径;10μα、比表面積;330m <sup>2</sup> /g) (7) ナイロンパウダー (体積平均粒径;7μα、比表面積;150m <sup>2</sup> /g)	13. 0	13. 0	13.0
(8) 微粒子酸化亜鉛被覆球状ナイロン(製造例 I:体積   平均粒径;5 μm)	9.0		
(9) 球状酸化亜鉛(特開昭61-174103号公報記載の方法で 得られたもの:体積平均粒径;5μm)			13.0
(10)シリコーン処理酸化チタン*1 (11)シリコーン処理赤色酸化鉄*1 (12)シリコーン処理黄色酸化鉄*1 (13)シリコーン処理黒色酸化鉄*1 (13)シリコーン処理黒色酸化鉄*1 (14)フッ素処理酸化チタン*2	11. 0 2. 0 2. 0 0. 2	11. 0 2. 0 2. 0 0. 2	11.0 2.0 2.0 0.2
(15)フッ素処理鉄化アランは (15)フッ素処理黄色酸化鉄 *2 (16)フッ素処理黄色酸化鉄 *2 (17)フッ素処理黒色酸化鉄 *2 (18)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径; 0.4μm、屈折率1.49)		9.0	
(19)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径; 0.8μm 、屈折率1,49)			8.0
(20)球状シリコーン樹脂(体積平均粒径;0.5μm 、屈折 率;1.45)			
(21)球状シリカ樹脂(体積平均粒径;0.5μm 、屈折率; 1.45)			
(22)アルミナ(体積平均粒径; 0.5μm 、屈折率; 1,74) (23)硫酸バリウム(体積平均粒径; 0.5μm 、屈折率; 1.63)			
(24)ジメチルポリシロキサン (KF-96A, 6cs, 信越化学工業 社製)	50.0	50.0	24.0
(25)パーフルオロポリエーテル (フォンブリンBC/R,モン テフロスト社製)			ĺ
「26)パラメトキシ桂皮酸オクチル (パーソールMCX, ジボタン・ルール社製)	1.0	1.0	1.0
(27)コレステリルイソステアレート (花王社製) (28)酸化防止剤	0.8 適量	0.8 適量	0.8 <b>適量</b>

[0066] \*1: What was covered with methil-hydrogen-polysiloxane (KF-99) Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. make 5%.

\*2: What was covered with the heptadeca fluoro DESHIRURIN acid (C6F13CH2O) (OH) PO 2 3%. [0067]

[A table 4]

		実	施	例	
	-1	2	3	4	5
成型方法	圧縮成型	圧縮成型	圧縮成型	圧縮成型	圧縮成型
保型性 (流動性)	0	0	0	0	0
のつべし仕とかり のつべし仕上 とかり とかりち は 化 総合	0000000	0000000	0000000	0000000	0000000

[0068]

[A table 5]

	実施例	比	較 例	<del></del>
	6	1	2	3
成型方法	圧縮成型	流し込み充塡	流し込み充塡	圧縮成型
保型性 (流動性)	0	х	×	×
のひき つべしと と と と と り り と と り り た 、 と と り と た り と り た り り ち と り り り り ち と り り り ち と り ち と り ち と り ち と り ち と り ち と り ち と り と り	0000000	00×@×0×	O	440×004

[Translation done.]

				•
	NA -			
	-			
				÷
			*	

# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

# (11)特許出願公開番号

# 特開平9-278627

(43)公開日 平成9年(1997)10月28日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup> A 6 1 K	7/00 7/02 7/48	酸別記号	庁内整理番号	F I A 6 1 K	7/00 7/02 7/48		L · P	技術表示箇所
				審査請求	未請求	請求項の数8	OL	(全 11 頁)
(21)出願番号		特願平8-83718		(71)出願人	0000009			
(22)出顧日		平成8年(1996)4	月 5 日	(72)発明者	佐々木	图田区文花2-		
			·	(72)発明者		B田区文花2-:	1 - 3	花王株式会
	·			(72)発明者	島寿	比 基田区文花 2 - :	1 – 3	花王株式会
	•			(74)代理人	弁理士	有賀 三幸	<i>(</i> \$134	<b>፭</b> )

# (54)【発明の名称】 固形化粧料

## (57)【要約】

【解決手段】 (A) 多孔質粉体を含む粉体であって、 当該粉体中に(a) 体積平均粒径が0.1 μm を超え2 μm 以下であり、かつ屈折率が2以下である微粉末、

- (b) 体積平均粒径が3~50μm の球状粉体、及び
- (c)体積平均粒径が20~50μmの板状粉体を合計で全組成中に20重量%以上含有する粉体 30~60重量%、並びに(B)油分 40~70重量%を含有し、100℃で5分間加熱しても流動性を帯びない固形化粧料。

【効果】 肌のかさつきやべたつきがなく、しっとり感に優れ、肌の凹凸を目立たなくすることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の成分(A)及び(B):

(A) 多孔質粉体を含む粉体であって、当該粉体中に

1

(a) 体積平均粒径が $0.1\mu$ m を超え $2\mu$ m 以下であり、かつ屈折率が2以下である微粉末、(b) 体積平均粒径が $3\sim50\mu$ m の球状粉体、及び(c) 体積平均粒径が $20\sim50\mu$ m の板状粉体を合計で全組成中に20重量%以上含有する粉体 $30\sim60$ 重量%、

#### (B)油分

40~70重量%

を含有し、100℃で5分間加熱しても流動性を帯びないことを特徴とする固形化粧料。

【請求項2】 成分(A)のうち、(a)及び(b)の配合重量比が9.5:0.5~0.5:9.5である請求項1記載の固形化粧料。

【請求項3】 成分(A)のうち、(b)の球状粉体の一部が多孔質粉体である請求項1又は2記載の固形化粧料。

【請求項4】 成分(A)のうち、(b)の球状粉体の一部が球状酸化亜鉛又は比表面積が15~100m²/gの微粒子酸化亜鉛を表面に付着させた球状粉体である請求項1~3のいずれか1項記載の固形化粧料。

【請求項5】 成分(A)のうち、(b)の球状粉体の一部が着色球状粉体である請求項1~4のいずれか1項記載の固形化粧料。

【請求項6】 成分(A)の粉体が疎水化処理又は撥水・撥油処理されたものである請求項1~5のいずれか1項記載の固形化粧料。

【請求項7】 油分中にフッ素系油剤を含有する請求項1~6のいずれか1項記載の固形化粧料。

【請求項8】 油分中に細胞間脂質を0.1~90重量%含有する請求項1~7のいずれか1項記載の固形化粧料。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、肌のかさつきやべたつきがなく、しっとり感に優れ、かつ肌上でののびが良く、また毛穴や小じわ等を目立たなくすることができ、しかも持続性に優れた固形化粧料に関する。

#### [0002]

【従来の技術】一般に、固形化粧料は、粉体及び油分を主成分として構成されるものであり、ファンデーション、アイシャドー、ほほ紅等の多くのメイクアップ化粧料などとして適用されている。このような従来の固形状のメイクアップ化粧料の場合、粉体が皮脂を吸収することにより、肌がかさついてしまうという問題があった。 【0003】一方、肌にしっとり感を与え、なめらかな使用感を得るため油分の配合量を増やした場合には、べたつきが生じてしまう。このため、油分の配合量は制限 っとりとした感触の固形化粧料を得るのは困難であった。

【0004】また、固形化粧料は、肌上でののびや付着性が良好であることが要求され、更に、シミ・ソバカス、しわ、毛穴等の肌の欠点をカバーし、肌の色を整え、乾燥等から肌を保護するなどの機能も要求される。このため、従来より粉体化粧料に各種球状粉体を配合することにより、すべりの良さやのびの軽さといった良好な感触を付与することが行われている。しかしながら、ここで用いられている球状粉体は、感触面では良好であるものの、隠蔽力に劣り、毛穴や小じわ等を目立たなくすることはできない。

【0005】そのため、肌の欠点を隠す目的で、酸化チタン等の屈折率の高い白色顔料を多量に配合した化粧料も知られているが、これらの化粧料は、隠蔽力に優れ、シミ・ソバカス等はカバーできるものの、肌上でののびが重く、また仕上がりが厚ぼったくなり、毛穴や小じわ等の凹凸がかえって目立ち、自然な仕上がりを得ることができないという問題点があった。

## [0006]

20

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、肌のかさつきやべたつきがなく、しっとりとした感触を持ち、かつ肌上でののび等の感触が良好で、隠蔽力に優れ、しかも毛穴や小じわ等の肌の凹凸を自然にカバーし、更にこのような優れた仕上がりが長時間持続する固形化粧料を提供することにある。

# [0007]

【課題を解決するための手段】かかる実情において、本 発明者らは鋭意研究を行った結果、多孔質粉体を含む特 30 定の粉体を油分を特定の配合量で含有し、加熱しても流 動性を帯びない固形化粧料が、肌上でののびが良好で、 しかも毛穴や小じわ等を目立たなくすることができ、更 に化粧持ちにも優れることを見出し、本発明を完成し た

【0008】 すなわち、本発明は、次の成分(A)及び(B):

- (A) 多孔質粉体を含む粉体であって、当該粉体中に
- (a) 体積平均粒径が0. 1 μm を超え2 μm 以下であり、かつ屈折率が2以下である微粉末、(b) 体積平均40 粒径が3~50 μm の球状粉体、及び(c) 体積平均粒径が20~50 μm の板状粉体を合計で全組成中に20重量%以上含有する粉体30~60重量%、

# (B)油分

40~70重量%

を含有し、100℃で5分間加熱しても流動性を帯びないことを特徴とする固形化粧料を提供するものである。 【0009】

使用感を得るため油分の配合量を増やした場合には、ベ 【発明の実施の形態】本発明で用いられる成分(A)のたつきが生じてしまう。このため、油分の配合量は制限 粉体は、(a)体積平均粒径が0.1 μm を超え2 μm されてしまい、同様に保湿剤等の配合量も制限され、し 50 以下であり、かつ屈折率が2以下である微粉末、(b)

`}

1

体積平均粒径が $3\sim50\mu$ m の球状粉体、及び(c)体積平均粒径が $20\sim50\mu$ m の板状粉体を含有するものである。なお、本発明において、体積平均粒径とは、測定粒子の体積相当球の径の平均値を示すものであり、具体的には、粒径 $1\mu$ m 以上の粉体についてはレーザー回折法、 $1\mu$ m 以下の粉体についてはレーザー散乱法により、エタノールを分散媒として粒度分布を求め、平均粒径を体積累積分布平均として求めたものである。

【0010】成分(A)のうち、(a)の微粉末は、体積平均粒径が0.1 $\mu$ m を超え2 $\mu$ m 以下であることが 10必要であり、好ましくは0.15~1.5 $\mu$ m、特に好ましくは0.3~1.2 $\mu$ m である。0.1 $\mu$ m 以下では使用感が悪く、また毛穴や小じわ等の凹凸を目立たなくさせる効果が低減し、2 $\mu$ m を超えると、やはり毛穴や小じわの凹凸を目立たなくさせる効果が低減するので好ましくない。また、微粉末(a)は屈折率2以下であることも必要であり、好ましくは1.4~1.8である。屈折率が2を超えるものでは、肌に塗布したときにぼかし効果が得られず、毛穴や小じわの凹凸を目立たなくする効果が得られない。 20

【0011】微粉末(a)としては、このような体積平 均粒径及び屈折率を有するものであれば特に制限され ず、無機微粉末、有機微粉末のいずれでも良く、またそ の形状も球状、平板状、粒状、針状、棒状、無定形等の いずれでも良い。具体的には、例えばシリカ、アルミ ナ、硫酸バリウム、水酸化アルミニウム、炭酸カルシウ ム、ケイ酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アル ミニウム等の無機微粉末;ポリアミド樹脂、ポリエチレ ン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリメタクリル酸メチル 樹脂、セルロース系樹脂、ポリスチレン樹脂、スチレン とアクリル酸の共重合体、シリコーン樹脂等の有機微粉 末などが挙げられる。これらのうち、無機微粉末として は、アルミナ、シリカ、硫酸バリウム;有機微粉末とし ては、ポリメタクリル酸メチル樹脂、シリコーン樹脂等・ の低屈折率のものが、より自然な仕上がりが得られるの で好ましい。また、これらの微粉末に、通常の方法によ り着色顔料、色素、染料、金属イオン等を被覆、内包処 理し、着色したものを使用することもできる。

【0012】微粉末(a)としては、特に体積平均粒径が0.11~2μmであり、粒径0.05μm以下の粒 40子及び5μmを超える粒子がそれぞれ10体積%以下の粒度分布であることが好ましい。

【0013】成分(A)のうち、(b)の球状粉体は、体積平均粒径が $3\sim50\mu$ mであることが必要であり、好ましくは $5\sim20\mu$ m、特に好ましくは $5\sim10\mu$ mである。 $3\mu$ m未満では化粧料の肌上でののびが悪くなり、 $50\mu$ mを超えると肌への付着性が悪くなるので好ましくない。

【0014】球状粉体(b)としては、体積平均粒径が 3~50μm のものであれば特に制限されず、無機微粉 50 末、有機微粉末のいずれでも良く、またこれらの球状粉体に、通常の方法により着色顔料、色素、染料、金属イオン等を被覆、内包処理し、着色したものであっても良い。具体的には、例えば球状シリカ、球状アルミナ、球状チアニア等の無機球状粉体;球状ポリアミド樹脂、球状ポリメタクリル酸メチル樹脂、球状シリコーン樹脂、球状ポリエチレン樹脂、球状セルロース系樹脂、球状ポリエチレン樹脂、球状セルロース系樹脂、球状ポリエチレン樹脂、球状セルロース系樹脂、球状ポリエチレン樹脂、球状セルロース系樹脂、球状ポリン等の有機球状粉体;更に酸化チタン、黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄等の体質顔料や着色顔料等を通常の方法により球状に造粒したものなどが挙げられる。これらのうち、特に球状シリカ、球状アルミナ、球状ナイロン、球状ポリアミド樹脂、球状ポリメタクリル酸メチル樹脂、球状シリコーン樹脂が使用感等の点から好ましい。

【0015】また、球状粉体(b)の一部は、球状酸化 亜鉛又は微粒子酸化亜鉛を表面に付着させた球状粉体で あるのが好ましい。これらのうち、球状酸化亜鉛を付着 させた球状粉体としては、酸化亜鉛スラリーを噴霧乾燥 する等の通常の方法によって球状に造粒したもの(特開 昭61-17413号公報記載の方法等);メカノケミカル法、湿式被覆法等の通常のコーティング操作によって、例えば球状ナイロンのような球状粉体の表面に酸化 亜鉛を付着させたもの等を用いることができる。

【0016】また、微粒子酸化亜鉛を表面に付着させた球状粉体は、市販の微粒子酸化亜鉛、特開平1-175921号公報又は特開平1-230431号公報記載の微粒子酸化亜鉛等を、メカノケミカル法によって体積平均粒径が3~50 $\mu$ mの球状粉体表面に付着させたものが挙げられる。ここで用いられる微粒子酸化亜鉛としては、平均粒径が0.01~0.04 $\mu$ m、比表面積が15~100 $m^2$ /gのものが好ましい。この範囲の比表面積のものは、酸化亜鉛の皮脂吸収が十分で化粧くずれが生じ難いとともに、粉っぽくならず使用感も良好であり好ましい。また、これらの微粒子酸化亜鉛は、シリコーン、金属石鹸等の処理剤で表面処理したものを用いることもできる。更に、市販の微粒子酸化亜鉛としては、例えばFINEX25,FINEX50,FINEX75 (堺化学社製)等が挙げられる。

【0017】これらの球状酸化亜鉛又は微粒子酸化亜鉛を表面に付着させた球状粉体は、全組成中に2重量%配合させるのが、化粧持ちの効果が十分に得られ好ましい。

【0018】成分(A)のうち、(c)の板状粉体は、体積平均粒径が $20\sim50\mu$ m であることが必要であり、好ましくは $25\sim40\mu$ m、特に好ましくは $30\sim40\mu$ m である。 $20\mu$ m 未満では化粧料の肌上への密着感が感じられず、 $50\mu$ m を超えると肌への付着性が劣る上にざらつきが感じられるので好ましくない。

【0019】板状粉体(c)としては、体積平均粒径が  $20\sim50$   $\mu$ m のものであれば特に制限されず、無機微

粉末、有機微粉末のいずれでも良く、またこれらの板状 粉体に、通常の方法により着色顔料、色素、染料、金属 イオン等を被覆、内包処理し、着色したものであっても 良い。具体的には、例えばタルク、マイカ、セリサイト 等の体質顔料;窒化ホウ素等の無機粉体;板状ポリアミ ド樹脂等の有機粉体が挙げられる。これらのうち、特に が好ましい。

【0020】これらの微粉末(a)、球状粉体(b)及び板状粉体(c)は、それぞれ1種又は2種以上を組合わせて用いることができる。微粉体(a)、球状粉体(b)及び板状粉体(c)は合計で全組成中に20重量%(以下、単に%で示す)以上配合され、好ましくは30~60%、特に好ましくは40~60%である。20%未満では、べたつき感がある上に肌上でののび及び毛穴や小じわ等の凹凸を目立たなくする効果が十分に得られない。

【0021】また、微粉末 (a) は全組成中に $5\sim20$ %、特に $10\sim15$ %配合するのが好ましく、球状粉体 (b) は全組成中に $5\sim30$ %、特に $10\sim15$ %配合するのが好ましく、板状粉体 (c) は全組成中に $3\sim20$ %、特に $5\sim15$ %配合するのが好ましい。更に、微粉体 (a) と球状粉体 (b) の配合重量比は、9.50. $5\sim0.5:9.5$ 、特に $8:2\sim2:8$ であるのが、使用感及び毛穴や小じわ等の凹凸を目立たなくする効果の点から好ましい。

【0022】本発明の成分(A)は多孔質粉体を含む粉体であり、当該粉体中に前記粉体(a)、(b)及び

(c)を含有するものである。これら粉体(a)、

(b) 及び(c) は体積平均粒径及び外観により分類されるものであり、これらの一部又は全部が多孔質粉体で 30 あってもよい。粉体(a)、(b)及び(c)以外に用いられる多孔質粉体としては、例えばケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸ストロンチウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸がリウム、メタケイ酸アルミン酸マグネシウム等のケイ酸金属塩;炭酸カルシウム、炭酸コバルト等の炭酸金属塩;酸化コバルト、α一酸化鉄等のタングステン酸金属塩;酸化コバルト、α一酸化鉄等の金属酸化物;水和酸化鉄等の金属水酸化物;ナイロンパウダー、セルロースパウダー、コーンスターチ、ポリスチレンビーズ等の有機粉体;その他シリカ、シリカ 40 ゲル、ハイドロキシアパタイトなどが挙げられる。

【0023】粉体(a)、(b)及び(c)以外の多孔質粉体は、比表面積が、 $300m^2/g$ 以上であるのが好ましく、特に $300\sim1000m^2/g$ 、更に $700\sim800m^2/g$ であると、油のべたつきが感じられなくなるので好ましい。なお、本発明において比表面積は、BET法により測定して求めた値である。また、多孔質粉体の平均粒径は $3\sim30\mu$ mであるのが好ましく、特に $5\sim20\mu$ m、更に $10\sim20\mu$ mであると、使用感にも優れるので好ましい。多孔質粉体としては、

肌へのなめらかさ、密着性に優れることから、球状多孔 質粉体が好ましく、特にシリカが好ましい。

【0024】多孔質粉体は粉体(a)、(b)及び(c)の多孔質粉体も含め、全組成中に5~50%、特に10~30%、更に15~25%配合するのが好ましい。この範囲内であると、べたつきがないとともに、粉っぱくならず仕上がりが良好で、密着感にも優れ好ましい。

【0025】また、成分(A)におけるその他の粉体と しては、通常の化粧料に用いられる粉体、例えばケイ 酸、無水ケイ酸、ケイ酸マグネシウム、タルク、セリサ イト、マイカ、カオリン、ベンガラ、クレーベントナイ ト、チタン被覆雲母、オキシ塩化ビスマス、酸化ジルコ ニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化アルミニウ ム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸マグネシウ ム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、酸化鉄、群 青、酸化クロム、水酸化クロム、カラミン及びカーボン ブラック及びこれらの複合体の無機粉体;ポリアミド、 ポリエステル、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリウ レタン、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ 素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エ ポキシ樹脂、ポリカーボネート樹脂、ジビニルベンゼン ・スチレン共重合体、シルクパウダー、セルロースこれ らの複合体等の有機粉体;更にこれらを界面活性剤、シ リコーン、金属石鹸、レシチン、アミノ酸、コラーゲ ン、ケラチン、ポリマー、フッ素化合物等で表面処理し たものや、着色顔料、色素、染料、金属イオン等で被 覆、内包処理したもの;有機タール系色素、レーキ等の 有機着色料が挙げられる。これらの粉体は、1種又は2 種以上を組合わせて用いることができる。

【0026】なお、本発明においては、成分(A)の粉体はいずれも、通常の方法により、シリコーン処理、フッ素化合物処理、レシチン処理、アミノ酸処理、ポリエチレン処理、金属石けん処理等の疎水化処理又は撥水・撥油処理したものを用いることができる。

【0027】ここで、シリコーン処理とは、シリコーン油により母粉体の表面を処理することをいい、用いられるシリコーン油としては、通常の化粧料等に用いられるものであれば特に制限されず、例えばメチルハイドロジ センポリシロキサン等のSiーH基を含むシリコーンオイル、GiーOH基を含むシリコーンオイル、環状ジメチルポリシロキサン、ジメチルシリコーン等が挙げられる。具体的には、ジメチルポリシロキサン、環状ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、環状メチルハイドロジェンポリシロキサン、環状メチルハイドロジェンポリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシエチレン)シロキサン共重合体、ジメチルシロキサン・メチルステアロキシシロキサン共重合体、ジメチルステアロキシシロキサン共重合体、ジメチル

7

シロキサン・メチルセチルオキシシロキサン共重合体、メチルポリシロキサンエマルジョン、シリコーン樹脂、シリコーングリース、ポリエーテル変性シリコーン、メチルスチリル変性シリコーン、アルキル変性シリコーン、高級脂肪酸エステル変性シリコーン、高級アルコキシ変性シリコーン、フェノール変性シリコーン、高級脂肪酸変性シリコーン等が挙げられる。

【0028】母粉体をこれらのシリコーン油で処理する方法としては、例えば前記シリコーン油の1種又は2種以上を適量のヘキサン等の溶媒に溶解したものに母粉体を分散させ、溶剤留去後、100~200℃で2~10時間処理し、その後乾燥する方法が挙げられる。

【0029】また、フッ素化合物処理とは、パーフルオロアルキル基を有するフッ素化合物で母粉体の表面を処理することをいい、用いられるフッ素化合物としては、例えば次の一般式(1)

[0030]

【化1】

 $[C_x F_{2x+1} C_y H_{2y} 0]_z PO(OH)_{3-z}$  (1)

【0031】(式中、xは4~14の整数、yは1~12の整数、zは1~3の整数を示す。)で表わされるポリフルオロアルキルリン酸(米国特許第3632744号参照)、フルオロアルキルジ(オキシエチル)アミンリン酸エステル(特開昭55-167209号公報参照)、四フッ化エチレン樹脂、パーフルオロアルコール、パーフルオロエポキシ化合物、スルホアミド型フルオロリン酸、パーフルオロアルキル硫酸塩、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルシラン(特開平2-218603号公報参照)、パーフルオロアルキルエチルリン酸等が挙げられる。

【0032】母粉体をこれらのフッ素化合物で処理する方法としては、例えば前記フッ素化合物の1種又は2種以上をイソプロピルエーテル等の溶媒に溶解し、加熱したものに母粉体を分散させ、60℃で4時間混合した後、溶媒を減圧留去し乾燥する方法が挙げられる。この場合、処理を加熱下で行っても良く、また、酸、アルカリ、触媒等の反応助剤を必要に応じて加えることもできる。また、フッ素化合物を揮発性の溶剤に溶解又は分散させ、フローコーター等を用いて微粉末に噴霧し、コーティングすることもでき、フロンのような揮発性のフッ素化合物の場合は、フッ素化合物の蒸気を微粉末に直接触させてコーティングすることもできる。また、フッ素化合物と処理される微粉末をボールミル等で混合し、乾式で処理することもできる。

【0033】また、処理効果を高めるため、このような 処理を行った後、本発明の効果を損なわない範囲で、焼 き付け処理、加熱処理、熟成処理等の後処理を行っても 良い。また、前処理として微粉末に、焼成処理、加熱処 理、水熱処理、減圧処理、プラズマ処理等を必要に応じ て行ってもよい。 【0034】成分(A)の粉体は、全組成中に30~60%配合され、好ましくは40~60%、特に好ましくは45~55%配合される。30%未満ではべたつき感があり、60%を超えると粉っぽさが感じられる。【0035】本発明で用いる成分(B)の油分としては、通常の化粧料に用いられるものであれば特に制限されず、例えば流動パラストンストロニンとはついば

は、通常の化粧料に用いられるものであれば特に制限さ れず、例えば流動パラフィン、スクワラン、ヒマシ油、 オリーブ油、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミンク 油、タートル油、アーモンド油、サフラワー油、アボガ ド油、ステアリン酸、オレイン酸、ラウリン酸、ミリス チン酸、グリセリルジイソステアレート、グリセリルト リイソステアレート、トリメチロールプロパンー2ーエ チルイソステアレート、グリセリルートリー2-エチル ヘキサノエート、イソプロピルミリステート、セチルー 2-エチルヘキサノエート、2-ヘプチルウンデシルパ ルミテート、メチルポリシロキサン、メチルフェニルポ リシロキサン、ポリブテン、ジイソステアリルマレー ト、ラノリン、セタノール、ステアリルアルコール、オ レイルアルコール、ラウリルアルコール、固形パラフィ ンワックス、セレシンワックス、マイクロクリスタリン ワックス、モクロウ、ミツロウ、キャンデリラワック ス、カルナウバワックス、ポリエチレンワックス、アル キル変性シリコーンワックス、揮発性鎖状シリコーン 油、揮発性環状シリコーン油、揮発性炭化水素油、パー フルオロポリエーテル、フッ素変性シリコーン等のフッ 素系油剤等が挙げられ、更にはグリセリン、プロピレン グリコール、ポリエチレングリコール、ジプロピレング リコール、ソルビトール、1,3-ブチレングリコール 等の多価アルコール、油溶性植物抽出物、卵黄レシチ ン、大豆レシチン等のリン脂質、スフィンゴ脂質、セラ ミド、セラミド類似構造物質(特開昭62-22804 8号公報等)、コレステロール、コレステリルエステ ル、コレステリルイソステアレート等の細胞間脂質の他 合成高分子、醗酵代謝物、生体抽出物、ステロイド化合 物、蛋白質、コラーゲン、キチンなどの保湿剤が挙げら れる。

【0036】これらの油分のうち、フッ素系油剤であるパーフルオロポリエーテルとしては、例えばフォンブリンHC-04、フォンブリンHC-25、フォンブリンHC-R(以上、モンテフロス社製)、デムナムS-20、デムナムS-65、デムナムS-200(以上、ダイキン工業社製)等の市販品を使用することができる。また、フッ素変性シリコーンとしては、例えば特開平5-247214号公報、特開平6-184312号公報、特開平6-234858号公報に記載のフッ素変性シリコーン誘導体、下記一般式(2)及び(3)

[0037]

【化2】

30

)

$$\begin{array}{c|c}
 & R^2 \\
 & Si0 \\
 & R^3
\end{array}$$

【0038】(式中、 $R^1$ 、 $R^2$  及び $R^3$  は同一でも異なっていてもよく、炭素数  $1\sim20$ の直鎖若しくは分岐鎖の脂肪族炭化水素基又は炭素数  $5\sim10$ の脂環式若しくは芳香族炭化水素基を示し、mは $0\sim10$ の整数を、pは $1\sim200$ の整数を、qは $0\sim200$ の整数を示す)で表わされる 2個のポリシロキサン単位を有するフッ素変性シリコーン誘導体等が挙げられる。

【0039】 これらの油分は、1種又は2種以上を組合わせて用いることができ、全組成中に40~70%、好20ましくは40~60%、特に好ましくは45~55%配合される。40%未満では粉っぽく肌への密着感に劣り、70%を超えるとべたつき感が感じられる。

【0040】なお、油分として細胞間脂質を用いる場合には、油分中に $0.1\sim90\%$ 、特に $0.5\sim50\%$ の範囲で配合するのが好ましい。

【0041】また、本発明の固形化粧料には、更に紫外 線吸収剤を配合することができる。かかる紫外線吸収剤 としては、例えばパラアミノ安息香酸エチル、パラジメ チルアミノ安息香酸オクチル(例えばエスカロール50 7 (バンディック社製))、シノキサート、パラメトキ シ桂皮酸オクチル(例えばエスカロール557(バンデ ィック社製)、パーソールMCX(ジボタン・ルール社 製))、2-(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) ベンゾトリアゾール、オキシベンゾン(例えばエスカロ ール567 (バンディック社製)、スペクトラソルブU V9(アメリカン・シアナミド社製))、ウロカニン 酸、ウロカニン酸エチル、ベンゾフェノン、テトラヒド ロキシベンゾフェノン (例えばユビナールD50 (BA SF社製))、4-t-ブチル-4'-メトキシベンゾ 40 イルメタン (パーソール1789 (ジボタン・ルール社 製))、特開平2-212579号公報、特開平3-1 88041号公報に記載の一般式(4)

[0042]

【化3】

【0043】(式中、Rはヒドロキシル基、炭素数1~8のアルコキシル基若しくはアルケニルオキシ基、又は(ポリオキシアルキレン)オキシ基を示し、また2個の10 Rがα-メチレンジオキシ基を形成してもよい。aは1~3の整数を示す)で表わされるベンゾイルピナコロン誘導体などが挙げられる。

【0044】 これらの紫外線吸収剤を配合する場合には、全組成中に0.01~20%、特に0.1~10%配合するのが好ましい。

【0045】本発明の固形化粧料には、前記成分のほか、通常の化粧料に用いられる成分、例えば尿素、メチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、ブチルパラベン、安息香酸ナトリウム等の防腐剤;アルブチン、コウジ酸、アスコルビン酸及びその誘導体等の美白剤;その他血行促進剤、制汗剤、殺菌剤、皮膚賦活剤等の薬効成分、香料などを、本発明の効果を損なわない範囲で適宜配合することができる。

【0046】本発明の固形化粧料は、例えば回転軸に複数枚の羽根を取り付けたヘンシェルミキサーや中心軸に掻き取り羽根を取り付けていると共にサイドにディスパーを取り付けたレトロミキサー、中心軸が回転しながら惑星運動するホバートミキサー、プラネタリーミキサー、波形状の2軸が回転するニーダー等により製造され、プレス成型して各種固形化粧料とすることができる。

【0047】そして、得られた本発明の固形化粧料は100℃で5分間加熱しても流動性を帯びないものである。ここで、流動性を帯びないとは、厚さ0.7mm、深さ5mm、直径5.3mmの金属製中皿、あるいは厚さ1mm、深さ8mm、縦×横が5.3mm×4.5mmの船底のプラスティック製中皿にプレス成型した固形化粧料を100℃で5分間加熱した後、60°の角度で1分間傾けても化粧料が流れ落ちず、プレス成型状態をくずさないことをいう。

## [0048]

【発明の効果】本発明の固形化粧料は、肌のかさつきやべたつきがなく、肌上でののびが良く、しっとりとした感触が得られ、肌の乾燥を防ぐ効果に優れ、肌のみずみずしさを持続させることができ、毛穴や小じわ等の凹凸を自然な仕上がりで目立たなくすることができ、特にファンデーション、アイシャドー、アイライナー、ほほ紅等のメイクアップ化粧料などとして好適である。

[0049]

【実施例】次に、実施例を挙げて本発明を更に説明する

が、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。 なお、実施例に示した体積平均粒径は、すべてエタノー ルを分散媒とし、セイシン企業製のSKレーザーミクロ ンサイザーを用い、粒径が 1 μπ 以上の粉体については レーザー回折法、1μπ以下の粉体についてはレーザー 散乱法により求めた粒度分布から求めた。

# 【0050】製造例1

比表面積25m²/gの微粒子酸化亜鉛(FINEX2 5, 堺化学社製) 98gに対して、メチルハイドロジェ ンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (KF-9 10 901、信越化学社製)2gをボールミルで混合した。 次に、送風乾燥機を用い、70℃で2時間加熱処理し、 シリコーン被覆微粒子酸化亜鉛を得た。更に球状ナイロ ンパウダー(SP500, 東レ社製: 平均粒径5 μm) 60gと蒸気シリコーン被覆微粒子酸化亜鉛40gをハ イブリダイゼーションシステム(奈良機械社製)を用い て複合化し、シリコーン被覆微粒子酸化亜鉛を被覆した 球状ナイロン(体積平均粒径; 5μπ) 90gを得た。 【0051】製造例2

比表面積50m<sup>4</sup>/gの微粒子酸化亜鉛(FINEX5 0, 堺化学社製) 96 g に対して、メチルハイドロジェ ンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(KF-9 901, 信越化学社製) 4g及びジクロロメタン200 gをボールミルで混合した。次に、この混合物を50℃ で3時間加熱還流したのち、100℃で2時間加熱攪拌 してジクロロメタンを留去し、シリコーン被覆微粒子酸 化亜鉛を得た。更に球状ナイロンパウダー (SP50 0, 東レ社製: 平均粒径 5 μm ) 6 0 g と上記シリコー ン被覆微粒子酸化亜鉛40gをハイブリダイゼーション システム(奈良機械社製)を用いて複合化し、シリコー 30 ン被覆微粒子酸化亜鉛を被覆した球状ナイロン (体積平 均粒径; 5 μm ) 9 0 gを得た。

## 【0052】製造例3

比表面積75m<sup>4</sup>/gの微粒子酸化亜鉛(FINEX7 5, 堺化学社製) 9 4 g に対して、メチルハイドロジェ ンシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体(KF-9 901, 信越化学社製) 6 gをエアーブレンダー (エア ー温度50℃)を用いて混合した。次に、この混合物を 80℃で1時間一次加熱処理をし、引き続き105℃に 昇温した後、更に1時間加熱処理をして、シリコーン被 40 覆微粒子酸化亜鉛を得た。更に球状ナイロンパウダー (SP500, 東レ社製;平均粒径5μm) 60gと上 記シリコーン被覆微粒子酸化亜鉛40gをハイブリダイ ゼーションシステム(奈良機械社製)を用いて複合化 し、シリコーン被覆微粒子酸化亜鉛を被覆した球状ナイ ロン(体積平均粒径:5μm)90gを得た。

#### 【0053】製造例4

球状ナイロンパウダー(SP500、東レ社製;平均粒 径5μm) 60gと比表面積50m<sup>\*</sup>/g微粒子酸化亜 鉛(FINEX50, 堺化学社製)40gをハイブリダ 50 △:平均点が2.5~3.4。

イゼーションシステム(奈良機械社製)を用いて複合化 し、微粒子酸化亜鉛を被覆した球状ナイロン(体積平均 粒径;5μπ) 90gを得た。

12

#### 【0054】製造例5

球状ナイロンパウダー(SP500, 東レ社製; 平均粒 径 5 μm ) 6 0 gと酸化チタン(0. 5 μm ) 4 0 gを ハイブリダイゼーションシステム (奈良機械社製) を用 いて複合化し、酸化チタン被覆球状ナイロン (体積平均 粒径; 5. 3 μm ) 9 0 gを得た。また、同様にして、 酸化チタンに代えて黄酸化鉄、ベンガラ、黒酸化鉄を用 い、それぞれ黄酸化鉄被覆球状ナイロン、ベンガラ被覆 球状ナイロン、黒酸化鉄被覆球状ナイロンを得た。

【0055】実施例1~6、比較例1~3

表1~表3に示す組成の固形ファンデーションを製造 し、流動性、使用感、仕上がり及び化粧持ちを評価し た。結果を表4及び表5に示す。

【0056】(製法)成分(1)~(23)をヘンシェ ルミキサーで混合した。これに成分(24)~(28) を加熱溶解混合したものを加え、混合した後粉砕し、こ れを金属製中皿(厚さ0.7㎜、深さ5㎜、直径5.3 mm) に成型して固形ファンデーションを得た。なお、成 型方法は表4及び表5に示したとおりである。

# 【0057】 (評価方法)

(1) 保型性(流動性): 固形ファンデーションを10 0℃で5分間加熱した後、60°の角度で1分間傾け た。このとき、ファンデーションのプレス成型状態がく ずれないものを「○」、くずれたものを「×」とした。 【0058】(2)仕上がり;ファンデーションを顔に **塗布したときの仕上がりを専門パネラー10名による日** 視評価により、以下の基準で評価した。

◎:毛穴、小じわ等の凹凸がほとんど目立たない。

〇:毛穴、小じわ等の凹凸がやや目立つ。

△:毛穴、小じわ等の凹凸が目立つ。

×:毛穴、小じわ等の凹凸が非常に目立つ。

## 【0059】(3)化粧持ち

パネラーの顔に、スポンジを用いてファンデーションを 塗布し、4時間後における化粧くずれについて、専門パ ネラー10名が、以下の基準で評価した。

◎:ほとんど化粧くずれしていない。

○: わずかに化粧くずれしている。

△:化粧くずれしている。

×:化粧くずれが激しい。

【0060】(4)使用感:専門パネラー10名によ り、各固形ファンデーションを使用したときののび、つ き、べたつき、しっとり感及び総合について、1~5点 の5段階の官能評価を行い、その平均点を求め、以下の 基準で評価した。

◎:平均点が4.5~5.0。

〇:平均点が3.5~4.4。

×:平均点が1.5~2.4。 ××:平均点が1.0~1.4。 \*【0061】 \* 【表1】

- A (M)	実	施	例
成 分(%)	1	2	3
(1) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径:40μm) <sup>\$1</sup> (2) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径;5μm) <sup>\$1</sup>	11.0	8.0	6.0
(3) フッ素処理マイカ (体験平均粒径; 40 μm) (4) 多孔性シリカ	13.0		
(体積平均粒径;12μm 、比表面積;900m <sup>2</sup> /g) (5) 多孔性シリカ[]		14.0	
(体積平均粒径;10μm、比表面積;700m <sup>2</sup> /g) (6) 多孔性シリカIII			15. 0
(体積平均粒径;10μm、比表面積;330m²/g) (7)ナイロンパウダー			
(体積平均粒径;7μm、比表面積;150m²/g)   (8) 微粒子酸化亜鉛被覆球状ナイロン(製造例1:体積	4.0	2.5	
平均粒径;5 μm) (9) 球状酸化亜鉛(特開昭61-174103号公報記載の方法で			2.0
得られたもの:体積平均粒径;5 μm) (10)シリコーン処理酸化チタン <sup>41</sup> (11)シリコーン処理赤色酸化鉄 <sup>41</sup>	11.0 2.0	11.0 2.0	11.0 2.0
(12)シリコーン処理黄色酸化鉄	2.0	2.0	2.0
(14)フッ素処理酸化チタン・2 (15)フッ素処理赤色酸化鉄 *2	""		
(16)フッ素処理黄色酸化鉄 *2   (17)フッ素処理黒色酸化鉄 *2			
(18)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径;   0.4μm、屈折率1.49)	7.0		
(19)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径; 0.8 μm、屈折率1,49)		10.5	8.0
(20)球状シリコーン樹脂(体積平均粒径;0.5μm 、屈折   率;1.45)   (21)球状シリカ樹脂(体積平均粒径;0.5μm 、屈折率;			8.0
(4) (4) (4) (4) (4) (4) (4) (5) (6) (6) (6) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7			
(23) 硫酸バリウム (体積平均粒径; 0.5μm、屈折率;			
(24)ジメチルポリシロキサン (KP-96A, 6cs, 信越化学工業 社製)	46. 5	46.5	47.5
(25)パーフルオロポリエーテル (フォンブリンHC/R, モンテフロスト社製)			
(26)パラメトキシ桂皮酸オクチル (パーソールMCX, ジボタ ン・ルール社製)	2.5	2.5	3.5
(27)コレステリルイソステアレート(花王社製)   (28)酸化防止剤	0.8	0.8	2.8

【0062】\*1:メチルハイドロジェンポリシロキサン (KF-99) 信越化学工業社製にて、5%被覆したもの。

\*2:ヘプタデカフルオロデシルリン酸 (C<sub>6</sub> F<sub>13</sub> CH<sub>2</sub> 0)PO(0

H)2にて、3%被覆したもの。

[0063]

【表2】

15			16
成 分(%)	実	施	例
10. 75 (76)	4.	5	6
(1) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径:40μm)*1 (2) シリコーン処理板状マイカ (体積平均粒径:5μm)*1 (3) フッ素処理マイカ (体積平均粒径:40μm) (4) 多孔性シリカ[ (体積平均粒径:40μm) (体積平均粒径:40μm)	10. 0 12. 5	9.0	10.0
(体積平均粒径:12μm、比表面積:900m²/g) (5) 多孔性シリカ11 (体積平均粒径:10μm、比表面積:700m²/g) (6) 多孔性シリカ111 (体積平均粒径:10μm、比表面積:330m²/g)		13.0	14.0
<ul> <li>(7) ナイロンパウダー (体積平均粒径; 7 μm、比表面積;150m²/g)</li> <li>(8) 微粒子酸化亜鉛被覆球状ナイロン(製造例1:体積平均粒径; 5 μm)</li> <li>(9) 球状酸化亜鉛(特開昭61-174103号公報記載の方法で</li> </ul>	10. 0	10.5	9.0
得られたもの:体積平均粒径;5 μm) (10)シリコーン処理酸化チタン*1 (11)シリコーン処理策色酸化鉄*1 (12)シリコーン処理策色酸化鉄*1 (13)シリコーン処理集色酸化鉄*1 (14)フッ素処理酸化チタン*2 (15)フッ素処理黄色酸化鉄*2 (16)フッ素処理黄色酸化鉄*2 (17)フッ素処理関色酸化鉄*2 (17)フッ素処理関色酸化鉄*2 (18)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径;0.4μm、屈折率1.49) (19)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径;0.8μm、屈折率1.49) (20)球状プリコーン樹脂(体積平均粒径;0.5μm、屈折	10. 0 1. 5 1. 5 0. 2	10. 0 1. 5 1. 5 0. 2	10. 0 1. 5 1. 5 0. 2
率; 1, 45) (21)球状シリカ樹脂(体積平均粒径; 0.5μm 、屈折率; 1, 45) (22)アルミナ(体積平均粒径; 0.5μm 、屈折率; 1, 74) (23)硫酸ベリウム(体積平均粒径; 0.5μm 、屈折率; 1, 63) (24)ジメチルポリシロキサン(KF-96A, 6cs, 信越化学工業 社製)	10. 0	12. 0	9.3
(25)パーフルオロポリエーテル (フォンブリンBC/R,モン テフロスト社製)	40.0	40.0	42.0
(26)パラメトキシ桂皮酸オクチル (パーソールMCX, ジボタン・ルール社製)	4.0	1.8	2.0
(27)コレステリルイソステアレート (花王社製) (28)酸化防止剤	0.3 適量	05 適量	0.5 適量

【0.064】\*1:メチルハイドロジェンポリシロキサン H)。にて、3%被覆したもの。 (KF-99) 信越化学工業社製にて、5%被覆したもの。 30 [0065] \*2: ヘプタデカフルオロデシルリン酸 (C。Fi CH20)PO(0 【表3】

1 (00)	比	較	例
成 分(%)	1	2	3
(1) シリコーン処理板状マイカ(体積平均粒径; 40 μm) *1 (2) シリコーン処理板状マイカ(体積平均粒径; 5 μm) *1 (3) フッ素処理マイカ(体積平均粒径; 40 μm) (4) 多孔性シリカ	11.0	11.0	25. 0
(体) 多孔性シリカ川 (体) (体) (体) (体) (体) (体) (4) (4) (4) (5) (5) (5) (5) (5) (6) (6) (6) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7			
(体積平均粒径; 10μm、比表面積;700m <sup>2</sup> /g) (6) 多孔性シリカIII			
(体積平均粒径;10μm、比表面積;330m <sup>2</sup> /g) (7) ナイロンパウダー	13. 0	13. 0	13. 0
(体積平均粒径;7μm、比表面積;150m²/g) (8) 微粒子酸化亜鉛被覆球状ナイロン(製造例1:体積	9.0		
平均粒径;5μm) (9) 球状酸化亜鉛(特別昭61-174103号公報記載の方法で			13.0
得られたもの:体積平均粒径;5μm) (10)シリコーン処理酸化チタン*1 (11)シリコーン処理赤色酸化鉄*1 (12)シリコーン処理黄色酸化鉄*1	11.0 2.0 2.0	11.0 2.0 2.0	11. 0 2. 0 2. 0
(13)シリコーン処理無色酸化鉄 <sup>‡1</sup> (14)フッ素処理酸化チタン <sup>‡2</sup>	0.2	0. 2	0.2
(15)フッ素処理赤色酸化鉄 <sup>42</sup> (16)フッ素処理黄色酸化鉄 <sup>42</sup> (17)フッ素処理黒色酸化鉄 <sup>42</sup>			
(18)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂(体積平均粒径; 0.4μm、屈折率1.49)		9.0	
(19)球状ポリメタクリル酸メチル樹脂 (体積平均粒径; 0.8μm、屈折率1.49)			8.0
(20)球状シリコーン樹脂 (体積平均粒径; 0.5μm 、屈折率; 1.45)			
(21)球状シリカ樹脂(体積平均粒径;0.5μm 、屈折率; 1.45)			
(22)アルミナ (体積平均粒径; 0.5 μm 、屈折率; 1.74) (23)硫酸バリウム (体積平均粒径; 0.5 μm 、屈折率; 1.63)			
(24)ジメチルポリシロキサン (KF-96A, 6cs, 信越化学工業 社製)	50.0	50.0	24.0
(25)パーフルオロポリエーテル (フォンブリンHC/R,モンテフロスト社製)			
(26)パラメトキシ桂皮酸オクチル (パーソールMCX, ジボタン・ルール社製)	1.0	1.0	1.0
(27)コレステリルイソステアレート(花王社製) (28)酸化防止剤	0.8	0.8 適量	0.8 適量

【0066】\*1:メチルハイドロジェンポリシロキサン \* H)2にて、3%被覆したもの。 (KF-99) 信越化学工業社製にて、5%被覆したもの。 30 【0067】

\*2: ヘプタデカフルオロデシルリン酸(CaFiaCH2O)PO(O\* 【表4】

		実	施	例	
	1	2	3	4	5
成型方法	圧縮成型	圧縮成型	圧縮成型	圧縮成型	圧縮成型
保型性 (流動性)	0	0	0	0	0
のできった。 さったっとりり 仕上が持ち 化給合	00000000	00000000	0000000	0000000	000000

【表5】

19

J				
	実施例	比	餃 例	
	6	i	2	3
成型方法	圧縮成型	流し込み充塡	流し込み充塡	圧縮成型
保型性 (流動性)	0	×	×	. ×
のつべし仕と かきたっとがち もりりち	0000000	Od×®×O×	04×@0××	440×004

			··
		•	